



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Patentschrift
10 DE 43 27 308 C 2

51 Int. Cl. 8:
C 01 B 33/035

21 Aktenzeichen: P 43 27 308.4-41
22 Anmeldetag: 13. 8. 93
43 Offenlegungstag: 16. 2. 95
46 Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 10. 4. 97

DE 43 27 308 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:

Korea Research Institute of Chemical Technology,
Daejeon, KR

74 Vertreter:

Lieck und Kollegen, 80538 München

72 Erfinder:

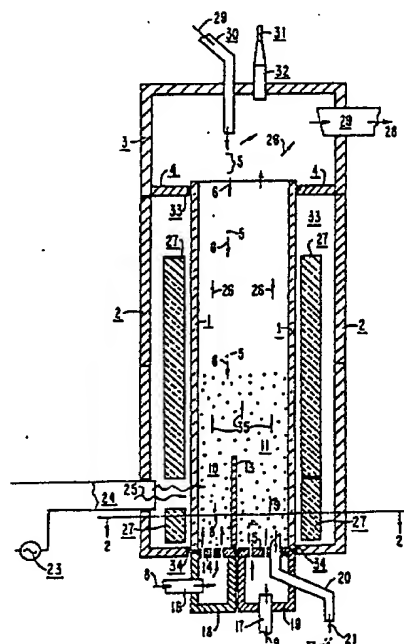
Kim, Hee Young, Daejeon, KR; Song, Yong Mok,
Daejeon, KR; Jeon, Yong Yeol, Daejeon, KR; Kwon,
Dae Heok, Daejeon, KR; Lee, Kang Mo, Daejeon,
KR; Lee, Jae Song, Daejeon, KR; Park, Dong Soon,
Daejeon, KR

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 38 38 931 C2

64 Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von polykristallinem Silizium

57 Verfahren zur Herstellung von polykristallinem Silizium in einem Fließbettreaktor, bei welchem ein Reaktionsgas, das eine gas- oder dampfförmige Siliciumverbindung enthält, in ein Bett aus durch das Reaktionsgas fluidisierten und mittels Mikrowellenenergie erhitzten Siliciumteilchen eingeführt wird, die gas- oder dampfförmige Siliciumverbindung als Siliciummetall auf den Siliciumteilchen abgelagert wird und die mit dem abgelagerten Silicium versehenen Teilchen sowie nicht reagierendes Fluidisierungsgas und gasförmige Nebenreaktionsprodukte aus dem Reaktor entfernt werden, dadurch gekennzeichnet, daß das Fließbett in eine Reaktionszone, in der die gasförmige oder dampfförmige Siliciumverbindung als Siliciummetall bei einer Reaktionstemperatur auf den Siliciumteilchen abgelagert wird, und in eine Heizzone unterteilt wird, in der eine Fraktion der Siliciumteilchen mit Hilfe eines siliciumfreien Trägergases fluidisiert und mittels Mikrowellenenergie über die Reaktionstemperatur erhitzt wird, und daß die aufgeheizten Siliciumteilchen in einem oberen Bereich der Heizzone mit den Siliciumteilchen der Reaktionszone unter Übertragung der Wärme aus der Heizzone in die Reaktionszone vermischt werden.



DE 43 27 308 C 2

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von polykristallinem Silicium in einem Fließbettreaktor, bei welchem ein Reaktionsgas, das eine gas- oder dampfförmige Siliciumverbindung enthält, in ein Bett aus durch das Reaktionsgas fluidisierten und mittels Mikrowellenenergie erhitzten Siliciumteilchen eingeführt wird, die gas- oder dampfförmige Siliciumverbindung als Siliciummetall auf den Siliciumteilchen abgelagert wird und die mit dem abgelagerten Silicium versehenen Teilchen sowie nichtreagierendes Fluidisierungsgas und gasförmige Nebenreaktionsprodukte aus dem Reaktor entfernt werden. Die Erfindung bezieht sich auch auf eine Vorrichtung zur Durchführung eines solchen Verfahrens.

Insbesondere bezieht sich die Erfindung also auf ein verbessertes Verfahren und eine Vorrichtung zur Mikrowellenbeheizung bei der Herstellung von polykristallinem Silizium unter Verwendung eines Fließbettprozesses, bei dem eine Siliziumverbindung bzw. -quelle thermisch zersetzt oder reduziert wird, um Silizium auf Siliziumteilchen bzw. -partikeln abzulagern.

Hochreines Silizium mit einer polykristallinen Struktur (d. h. "Polykristallines Silizium" oder "Polysilizium"), das ein Basismaterial für Halbleiter und Solarzellen darstellt, wird durch thermische Zersetzung oder Wasserstoffreduktion eines Siliziumquellengases hergestellt. Dieser Prozeß wird chemische Dampfabcheidung (CVD = chemical vapor deposition) genannt. Weltweit ist Polysilizium für Halbleiterzwecke mittels des Siemens-Reaktors hergestellt worden. In einem derartigen chargenweise arbeitenden CVD-Reaktor werden schmale Stangen aus Polysilizium mittels elektrischem Strom erhitzt und dann werden die erhitzten Stangen einer gasförmigen Mischung aus Wasserstoff und Siliziumquellengas ausgesetzt. In jüngster Zeit waren Bemühungen darauf gerichtet, zur Massenproduktion von hochreinem Silizium Fließbettssysteme als verbessertes CVD-Reaktorsystem einzusetzen. Fließbettreaktoren sind eine nützliche Einrichtung, um im hohen Maße feste Oberflächen einem Reaktionsgas auszusetzen, wodurch eine wirtschaftliche Betriebsweise erzielt wird. Wenn ein Siliziumquellengas ein Fließbett aus Polysiliziumpartikeln, nachfolgend abgekürzt als "Siliziumpartikeln", durchströmt, wird elementares Silizium auf deren Oberflächen abgelagert, wodurch diese Partikeln in ihrer Größe anwachsen. Ein weiteres Merkmal eines Fließbettssystems liegt darin, daß das Polysiliziumprodukt in Form eines Granulates erhalten wird, das näherungsweise kugelförmig ist. Dieses frei fließende, granulare Polysilizium ist sofort transportabel und verarbeitbar, während das stangenförmige Produkt aus dem Siemens-Reaktor zur Umwandlung des Polysilizium in Einzelkristalle nach dem Czochralski-Verfahren in Bruchstücke gebrochen werden muß. Deshalb ist granulares Polysilizium wesentlich für das kontinuierliche Wachstum eines Einzelkristalles mittels eines modifizierten Czochralski-Ziehapparates.

Trotz seiner Vorteile ist die Verwendung eines Fließbettreaktors nicht ohne Probleme. Bei Verwendung von Fließbetten zur Herstellung von Polysilizium sind die Siliziumpartikeln im Fließbett anfällig für Agglomeration oder Sintern aufgrund eines verlängerten Kontaktes, wobei diese effektiv bei hohen Temperaturen von etwa 1000°C durch das auf ihren Oberflächen abgelagerte Silizium miteinander verklebt werden. Die agglomerierten oder gesinterten Partikeln können als Brocken anwachsen, die dazu neigen, sich auf dem Boden des Fließbettes abzusetzen. Dies kann Probleme im Betrieb zur Folge haben und die wirksamen Oberflächengebiete für die Siliziumablagerung sind im großen Umfang reduziert. Dieses Problem ist im großen Umfang von der Partikelgröße und der Temperatur abhängig. Gemäß der Partikelklassifikation von Geldart (s. Kunii und Levenspiel, Fluidization Engineering, 2. Auflage, Butterworth-Heinemann, 1991, S. 75—79) ist bei Fließbetten mit Feinpartikeln (Gruppe C) die Agglomeration oder das Sintern bedeutsam und kann im großen Umfang durch Vergrößern der Partikelgröße über etwa 40 µm reduziert werden. Sofern die Partikeln im Fließbett größer als etwa 100 µm (klassifiziert als Partikeln der Gruppe B oder D) sind, sind die zwischen den Partikeln wirkenden Kohäsionskräfte verglichen mit den viskosen Kräften, die durch das Fluidisierungsgas auf die Partikel ausgeübt werden, vernachlässigbar. Somit ist zu erwarten, daß ein verlängerter Kontakt zwischen den Siliziumpartikeln durch Vergrößerung der Partikelgröße und ebenfalls durch eine geeignete Auslegung des Reaktors, damit das Fluidisierungsgas gleichmäßig verteilt wird, verhindert werden kann. Auf der anderen Seite sollte das Sintern derartiger Siliziumpartikeln mehr von der Temperatur abhängen. In einer Veröffentlichung (Ceramic Fabrication Processes, ed. W.D. Kingery, MIT Press, Cambridge, Massachusetts, 1958, S. 120—121) wird die Temperaturabhängigkeit des Sintergrades bei Keramik, κ , als κ proportional zu $\exp[-Q/RT]$ beschrieben, wobei Q, R und T der Aktivierungsenergie, der Gaskonstante und der Temperatur entspricht. Die Temperaturabhängigkeit der Absetzrate des Siliziums beruht auf derselben Abhängigkeit. Demgemäß sollte der Kontakt der Siliziumpartikeln mit und die Siliziumabsetzung in der Nähe der Reaktorwände, die über der erforderlichen CVD-Temperatur gehalten werden, zu einer erhöhten Wahrscheinlichkeit der Brückenbildung zwischen den Partikeln zusammen mit einer Verstärkung der Siliziumablagerung an den Brücken, nachfolgend zu einem Schwebzustand der agglomerierten Partikeln und schließlich zur Bildung von Clustern führen. Sofern die Reaktorwände mittels Widerstandsheizungen beheizt werden, was im großen Umfang praktiziert wurde, sind die Wände unausweichlich das heißeste Gebiet innerhalb des Reaktors. Deshalb ist die Siliziumablagerung in der Nähe der heißen Reaktorwände zur Vermeidung des Sinterproblems der Partikeln nicht empfehlenswert.

Bei der Verwendung von Widerstandsheizungen für CVD-Reaktoren mit Fließbett treten weiterhin Probleme mit starker Wandablagerung, Kontamination des Polysiliziumproduktes und Schwierigkeiten bei der Materialwahl und der Reaktorgestaltung auf. Um die Ablagerungstemperatur innerhalb des Fließbettes aus Siliziumpartikeln aufrecht zu erhalten, sollte die Reaktorwand mit einer wesentlich höheren Temperatur als die Ablagerungstemperatur beheizt werden, sofern Widerstandsheizungen am Umfang der Wand zum Einsatz kommen. Dann ist der Ablagerungsgrad des Siliziums an der Innenwand des Reaktors aufgrund der hohen Temperaturabhängigkeit der Siliziumablagerung größer als auf den Siliziumgranulaten. Deshalb kann dieser Prozeß nicht kontinuierlich ausgeführt werden, sondern muß zum Austausch oder zur Reinigung der Reaktorwand periodisch unterbrochen werden.

Bei Verwendung eines Quarzreaktors, dessen Material eines der Materialien ist, die zur Herstellung von hochreinem Silizium am meisten empfehlenswert sind, wird weiterhin der Reaktor wegen der extrem hohen Differenz zwischen der thermischen Ausdehnung der Quarzreaktorwand und der hierauf abgelagerten Siliziumschicht sehr empfindlich gegenüber thermischem Schock. Dann führt die umfangreiche Wandablagerung üblicherweise dazu, daß der Quarzreaktor während der Abkühlung vor der Reinigung bricht oder in manchen Fällen sogar schon davor. Zur Vermeidung des Wandbruchs wurde die Verwendung eines Graphiteinsatzes innerhalb einer Reaktorkammer vorgeschlagen, dessen Innenwand durch eine anfängliche Siliziumablagerungsreaktion mit Siliziumkarbid beschichtet wird (s. US-Patent Nr. 4,092,446). Da Silizium und Siliziumkarbid hinsichtlich der thermischen Ausdehnung ähnlich sind, kann der Einsatz wirkungsvoll im verlängerten CVD-Betrieb Verwendung finden. Das Siliziumprodukt aus einem derartigen Reaktor ist jedoch nicht frei von Kontaminationen von 5
Karbonverunreinigungen. Weiterhin erfordert die beträchtliche Siliziumablagerung auf der Wand des Einsatzes die periodische Unterbrechung des CVD-Betriebes. Deshalb ist ein wirkungsvolles Verfahren zur Beheizung des Fließbettes abweichend von der Wandheizung erforderlich, um einen Fließbettreaktor in wirksamer Weise zur Herstellung von Polysiliziumgranulaten zu verwenden. Die Beheizung der Siliziumpartikeln kann mittels innerhalb des Fließbettes angeordneten Elektroden oder durch kontinuierliches Zirkulieren der Partikeln durch einen 10
Reaktor und durch eine separate Heizeinrichtung ausgeführt werden. Diese Heizverfahren machen den Einsatz zusätzlicher komplizierter Vorrichtungen innerhalb des Fließbettes selbst erforderlich und/oder erfordern das kontinuierliche Zirkulieren der Siliziumpartikeln in oder aus dem Reaktor, wodurch die Anordnung und die Betriebsweise komplexer wird. Weiterhin führt der erhöhte Kontakt zwischen den Siliziumpartikeln und den Oberflächen der Elektrodenwand oder der separaten Heizeinrichtung mit den erforderlichen Leitungen für die 20
Partikelzirkulation offensichtlich zu einem Anwachsen der Kontamination mit Verunreinigungen im Siliziumprodukt.

Um das Problem hinsichtlich der Wandheizung zu verringern, wurde ein Fließbettreaktor mit Rezirkulation vorgeschlagen, der in dem US-Patent Nr. 4,992,245 und dem japanischen Patent KOKAI Nr. 2-30611 (1990) beschrieben wird. Der Reaktor zeichnet sich durch einen am Rand angeordneten Ringheizbereich aus, in dem 25
nach unten fließendes Siliziumpartikeln vorliegen, die durch die äußere Heizbereichswand, d. h. durch die Reaktorwand, erwärmt werden und dann in eine innere Reaktionszone überführt werden. Die Partikeln gelangen an einem oberen Einlaß in den Ringheizbereich und verlassen diesen an einem unteren Auslaß. Die CVD-Reaktion wird hauptsächlich in der inneren Reaktionszone durchgeführt, durch die ein Siliziumquellengas nach oben strömt. Die Massendurchflußrate der absinkenden Partikeln durch die Heizzone und die Temperaturdifferenz 30
zwischen der äußeren Ringraumwand und diesen Partikeln sollte groß genug sein, um dem Ringraum die erforderliche Wärme zur Verfügung zu stellen. Es ist dann schwierig, einen nach oben ausreichenden Betrag eines Trägergases, beispielsweise Wasserstoff, zur Vermeidung des Durchbruchs von Siliziumquellengases von der Reaktionszone durch beide Enden der Heizzone zur Verfügung zu stellen, während gleichzeitig die Höhe des nach unten gerichteten Massenstromes der Siliziumpartikeln, die in der Heizzone erwärmt werden sollen, 35
aufrechterhalten bleiben soll. Die Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases müßte mindestens so groß wie diejenige sein, die zum Einsetzen der Fluidisierung der absinkenden Partikeln erforderlich ist. Somit kann die Einführung des Siliziumquellengases zusammen mit den herabfallenden Siliziumpartikeln und deren gasförmige Diffusion von der Reaktionszone in den Ringraum durch einen derartigen Betrag eines nach oben strömenden Trägergases nicht vermieden werden. Obwohl der Anteil des Siliziumsquellengases, das in die Heizzone übertritt, nicht signifikant ist, wird ein Anteil hiervon an den äußeren Ringwänden natürlich zersetzt, die beträchtlich 40
heißer sein müssen als die Partikeln. Aus diesem Grund kann der vorgeschlagene Reaktor mit Zirkulierung das Problem der Ablagerung an der äußeren, außen beheizten Ringraumwand reduzieren, aber nicht verhindern. Daneben ist der konvektive Wärmebereich und Wärmeverlust durch das in der Heizzone aufströmende Trägergas beträchtlich. Es ist weiterhin erforderlich, bestimmte treibende Kräfte, beispielsweise gepulste Gasstöße, 45
einzuleiten, um die Einführung der beheizten Partikeln von dem unteren Auslaß zu der Heizzone innerhalb der Reaktorzone zu veranlassen. Dann sollte der Wärmeverlust aufgrund der Trägergases und des gepulsten Gasstromes durch Erhöhung der Wandtemperatur ausgeglichen werden. Das Erfordernis der hohen Temperatur der Reaktorwand und der niedrige Grad der Fluidisierung innerhalb der Heizzone kann zu einer Agglomeration der Partikeln in der Nähe der beheizten Wände führen. Aufgrund des niedrigen Auslasses der Heizzone 50
sollte die Gasverteilungseinrichtung zum Einführen des Siliziumquellengases immer Kontakt mit den beheizten Partikeln haben. Dies führt üblicherweise zur Ablagerung von Silizium und zur Krustenbildung auf der Verteilungseinrichtung, sofern nicht die Einrichtung in ausreichender Weise unter die Zersetzungstemperatur des Siliziumsquellengases gekühlt wird. Es ist offensichtlich, daß eine derartige Kühlung den Wärmeübergang von der Heizzone zu der Reaktionszone verringert. Aus diesem Grund besteht Bedarf für einen verbesserten 55
Fließbettreaktor, bei dem eine separate Heizzone vorgesehen ist.

Um die Nachteile bei der Wärmezufuhr an die Wand eines Fließbettreaktors zu überwinden, wurde vorgeschlagen, die Siliziumpartikeln in einem CVD-Reaktor durch Bestrahlung mit elektromagnetischen Wellen zu bestrahlen, beispielsweise mit Mikrowellen, die im Frequenzbereich zwischen 50 MHz und 300 GHz liegen. Da Silizium ein Material ist, das im großen Umfang Mikrowellen absorbiert, können Mikrowellen in wirksamer 60
Weise bei einem CVD-Prozess mit Fließbett zum Einsatz kommen. Die Verwendung einer Mikrowellenheizung zur Herstellung von Polysiliziumgranulaten ist aus dem deutschen Patent Nr. 36 38 931 und aus dem US-Patent 4,786,477 bekannt. Gemäß der Beschreibung der Patente werden die Mikrowellen in einer unteren Reaktionszone des Fließbettreaktors aufgebracht. In der Reaktionszone werden die Siliziumpartikeln durch das Reaktionsgas fluidisiert und durch direkte Bestrahlung mit Mikrowellen erhitzt. Es wurde beobachtet, daß bei diesem 65
Heizverfahren die Reaktorwände nicht heißer sind als die Siliziumpartikeln, da Quarz für Mikrowellen im Bereich der CVD-Temperatur durchlässig ist. Trotz dieser Vorteile führt dieses Verfahren zu einigen unerwünschten Beeinträchtigungen der CVD-Reaktion, die auf die direkte Bestrahlung der Reaktionszone mit

Mikrowellen zurückzuführen sind. Wenn Mikrowellen in die Reaktionszone durch die Quarzreaktorwände eindringen, absorbieren die Siliziumpartikeln in der Nähe der Wände einen Großteil der Mikrowellenenergie, da die Eindringtiefe der Mikrowellen mit der Temperatur abnimmt. Deshalb sollten die Innenwände des Quarzreaktors, die in direktem Kontakt mit den bestrahlten Siliziumwänden sind, so heiß wie diese Partikeln gehalten werden. Deshalb tritt die Siliziumablagerung an den Innenwänden durch das Reaktionsgas mit gleichem Grad auf wie auf den beheizten Siliziumpartikeln. Wenn die auf den Wänden abgelagerte Siliziumschicht, durch die die Mikrowellen durchtreten, ausreichend dick wird, absorbiert die Schicht selbst einen Großteil der Mikrowellenenergie. Dies würde zu einer Akkumulation von Wärme innerhalb der bestrahlten Schicht führen und nachfolgend zu einem beschleunigten Temperaturanstieg sogar oberhalb der Schmelztemperatur von Silizium. In diesem Fall wären die Vorteile der Mikrowellenbeheizung beseitigt. Zur Vermeidung dieses Problems beschreibt das zitierte Patent eine Gaskühlung an der Außenseite der Reaktorwand, bei der die Mikrowellenbestrahlung in die Reaktionszone nicht gestört wird. Weiterhin wird offenbart, daß eine derartige Wandkühlung bei CVD-Prozessen bei Temperaturen von 700°C unter Verwendung von Monosilan als Siliziumquellengas wichtig ist. Eine derartige Wandkühlung vergrößert jedoch bekanntermaßen den Wärmeverlust und erfordert somit höhere Mikrowellenenergie, um die Reaktionstemperatur aufrecht zu erhalten. Weiterhin ist eine Isolation, die die Reaktorwände umgibt, nicht möglich. Die Gaskühlung führt somit zu einem starken Anwachsen des Energieverbrauches, wodurch die Anwendbarkeit der Mikrowellenheizung reduziert ist. Wenn CVD-Verfahren mit Trichlorsilan als Siliziumquellengas bei Temperaturen über 900°C durchgeführt werden, wird die Wandablagerung trotz Kühlung der Reaktorwände wahrscheinlicher. Das hängt mit der Besonderheit zusammen, daß Trichlorsilan sowohl an den mikrowellenbestrahlten Siliziumpartikeln als auch an den Reaktorwänden, sofern diese nicht unter 400°C gekühlt sind, ohne Temperaturselektivität hinsichtlich der Feststoffoberflächen zu Silizium zersetzt wird, während die Pyrolyse von Silan selektiv auf heißeren Siliziumpartikeln als auf gekühlten Reaktorwänden auftritt. Mit Zunahme der Reaktionstemperatur sollte deshalb die Kühlung der Reaktorwand bedeutsamer werden, ist aber im Betrieb schwierig auszuführen. Weiterhin ist die Isolierung am Umfang der Reaktorwände zur Energieeinsparung unmöglich. Neben der Wandkühlung ist gemäß dem Patent eine Kühlung der Gasverteilungseinrichtung, die die Reaktionszone trägt, durch Einführung einer Kühlflüssigkeit in die Einrichtung erforderlich, um eine beträchtliche Ablagerung von Silizium hierauf zu verhindern. Somit zeigt es sich, daß der zitierte CVD-Prozeß auf einer gleichzeitigen Beheizung und Kühlung der Reaktionszone basiert, d. h. direkte Beheizung der Reaktionszone mit Mikrowellen zusammen mit Kühlung der Feststoffoberflächen, die den Reaktor umgeben, mittels Kühlflüssigkeiten, wodurch der Effekt der Mikrowellenbeheizung reduziert wird und der Energieverbrauch ebenso wie die Schwierigkeiten im Betrieb ansteigen.

Ausgehend hiervon liegt der vorliegenden Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von polykristallinem Silicium vorzuschlagen, die verbesserte thermische Verhältnisse aufweisen und die gleichzeitig einen wirksamen und sicheren Betrieb ermöglichen.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß das Fließbett in eine Reaktionszone, in der die gasförmige oder dampfförmige Siliciumverbindung als Siliziummetall bei einer Reaktionstemperatur auf den Siliciumteilchen abgelagert wird, und in eine Heizzone unterteilt wird, in der eine Fraktion der Siliciumteilchen mit Hilfe eines siliciumfreien Trägergases fluidisiert und mittels Mikrowellenenergie über die Reaktionstemperatur erhitzt wird, und daß die aufgeheizten Siliciumteilchen in einem oberen Bereich der Heizzone mit den Siliciumteilchen der Reaktionszone und der Übertragung der Wärme aus der Heizzone in die Reaktionszone vermischt werden. Weiterhin wird die Aufgabe durch eine Vorrichtung gemäß Anspruch 2 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen der Vorrichtung sind in den abhängigen Ansprüchen aufgeführt.

Erfindungsgemäß wird ein verbessertes Verfahren vorgeschlagen, um innerhalb eines Fließbettreaktors ein wirkungsvolles Temperaturprofil zu schaffen und bei dem die Beheizung des Reaktors mittels Mikrowelle sehr wirksam ist. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist ein Fließbettreaktor vorgesehen, der eine Heizzone aufweist, die unterhalb des oberen Niveaus der Reaktionszone angeordnet ist. Das Verfahren sieht weiterhin vor, daß die Temperatur der Reaktionszone mit der Höhe zunimmt. Dies wird dadurch erreicht, daß mittels einer Trenneinrichtung das Fließbett der Siliziumpartikeln in eine Heizzone und eine Reaktionszone unterteilt wird, so daß die Siliziumpartikeln von beiden Zonen oberhalb der Heizzone durch Fluidisierung in dichter Phase mittels Gasblasen frei gemischt werden. Die Siliziumpartikeln in der Heizzone werden durch ein Trägergas fluidisiert, das kein Siliziumquellengas enthält und das durch eine separate Gasverteilungseinrichtung zugeführt wird, und durch Mikrowellen erhitzt, die in die Zone ohne Erwärmung der die Zone umgebenden Wände zugeführt werden. Andererseits werden die Siliziumpartikeln in der Reaktionszone durch eine Mischung eines Reaktionsgases, das ein Siliziumquellgas enthält, fluidisiert und durch eine separate Gasverteilungseinrichtung zugeführt. Die Feststoffvermischung der Siliziumpartikeln oberhalb der Heizzone tritt im Freiblasenbereich ohne absichtliche Zirkulation der Partikeln auf. Aus diesem Grund ist die Temperaturdifferenz zwischen den Zonen unerheblich. Die Reaktionstemperatur im oberen Bereich der Reaktionszone wird durch die durch die Mikrowellen erzeugte Wärme in der Heizzone aufrecht erhalten, die durch die kontinuierliche Partikel-Partikelmischung oder den Kontakt und durch die Strömung des Trägergases übertragen wird. Eine direkte Bestrahlung der Reaktionszone mit Mikrowellen ist nicht erforderlich. Die Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases muß ausreichend sein, um nicht nur die Fluidisierung der Siliziumpartikeln aufrecht zu erhalten, die in der Heizzone den Mikrowellen ausgesetzt werden, sondern auch um eine wesentliche Abwärtsströmung des Siliziumquellengases von der Reaktionszone zu vermeiden. Durch die Verhinderung der Ablagerung an den Innenwänden des Reaktors, durch die die Mikrowellen zugeführt werden, verbessert somit die Erfindung den Wartungsanteil beim Einsatz von Mikrowellen. Demgemäß ist es unnötig, den CVD-Reaktor an der Außenseite der Reaktorwände durch Einspritzung von Kühlmittel zu kühlen, um die Wandablagerung zu reduzieren. Unter den vorgeschlagenen Betriebsbedingungen ist es nicht nötig, die Gasverteilungseinrichtung zur Zuführung des Reaktionsgases

zusätzlich mit einer Kühlflüssigkeit zu kühlen, da die Temperatur im unteren Bereich der Reaktionszone beträchtlich niedriger ist als im oberen Bereich. Die vorliegende Erfindung schlägt weiterhin eine Vorrichtung mit einem verbesserten CVD-Reaktor vor, bei dem die Partikelagglomeration minimiert oder verhindert wird, da die Reaktion in einer gut fluidisierten Reaktionszone ohne zusätzliche heiße Oberflächengebiete von Siliziumpartikeln und ohne direkte Bestrahlung mit Mikrowellen erfolgt. Somit stellt die Erfindung eine Vorrichtung mit einem Fließbettreaktor mit verbesserten thermischen Verhältnissen zur Erhöhung des Wirkungsgrades und gleichzeitig zur Verbesserung der Betriebsstabilität zur Verfügung.

Weitere Merkmale und Vorteile der Erfindung gehen aus vorteilhaften Ausführungsbeispielen hervor, die in der Zeichnung in schematischer Weise dargestellt sind und nachfolgend beschrieben werden. Es zeigen:

Fig. 1 eine Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung;

Fig. 2 eine Schnittansicht längs der Linie 2-2 gemäß Fig. 1;

Fig. 3 eine weitere Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung; und

Fig. 4 eine Schnittansicht längs der Linie 4-4 gemäß Fig. 3.

Fig. 1 zeigt eine Ausführungsform einer Vorrichtung zur Herstellung von hochreinen Polysilicongranulaten mittels des erfindungsgemäßen Heizverfahrens für einen Fließbettreaktor. Eine Reaktorsäule 1 aus Quarz ist in einem Mikrowellenapplikator 2 angeordnet, der aus Metall, beispielsweise rostfreiem Stahl, hergestellt ist, das die Mikrowellen verlustfrei reflektiert. Der obere Bereich des Reaktors ist durch eine Ausdehnungszone 3, die aus Metall hergestellt ist, abgedeckt und mittels einer Tragplatte 4 mit einer graphitähnlichen Dichtung 33 festgelegt, um eine radiale Schwingung des Reaktors aufgrund der Fluidisierung zu verringern. Siliziumausgangspartikeln 5, die durch die CVD-Reaktion anwachsen sollen, werden durch eine Einlaßeinrichtung 30 für die Ausgangspartikeln dem Reaktor 1 zugeführt. Ein Speicher, der mit einem Inertgas oder mit einem Reduziergas 29 beaufschlagt ist, ist mit der Einlaßeinrichtung 30 für die Ausgangspartikeln verbunden. Die Ausgangspartikeln 5, die durch den Einlaß 30 zugeführt werden, fallen aufgrund der Schwerkraft in den unteren Bereich des Reaktors 1. Die Menge der Ausgangspartikeln 5, die für die CVD-Operation im Reaktor 1 vorliegen muß, kann leicht durch Versuche bestimmt werden. Das untere Ende des Reaktors 1 ist über eine graphitähnliche Dichtung 34 mit dem Applikator 2 verbunden und die innerhalb des Reaktors 1 vorliegenden Siliziumpartikeln werden durch Gasverteilungseinrichtungen 14 aufgenommen, die aus Silizium, Quarz oder siliziumähnlichem Material hergestellt sind. Da der Quarzreaktor 1 an seinen beiden Enden über graphitähnliche Dichtungen 33 und 34 mit dem Applikator 2 verbunden ist, kann er, ohne zu brechen, in axialer und radialer Richtung thermisch expandieren, wenn er während des CVD-Prozesses erhitzt wird.

Das Siliziumbett innerhalb des Reaktors 1 ist durch eine Teilungseinrichtung 13 von der Heizzone 10 getrennt. Die Siliziumpartikeln in der Heizzone 10 werden durch ein Trägergas oder ein Reduktionsgas 8, beispielsweise Wasserstoff, fluidisiert, in dem keine Siliziumquelle enthalten ist. Das Trägergas 8 wird durch eine Einlaßeinrichtung 16 und dann durch eine Gasverteilungseinrichtung 14 zugeführt, die von einer Kammer 18 eingeschlossen ist, die aus Metall, beispielsweise rostfreiem Stahl, oder mit Silizium abgedecktem Material hergestellt ist. Die Siliziumpartikeln 11 auf der anderen Seite der Heizzone 10 werden durch eine Reaktionsgas 9, das eine Siliziumquelle enthält, fluidisiert. Um die Konzentration der Siliziumquelle im Reaktor 1 zu steuern, kann, falls erforderlich, das Reaktionsgas 9 neben der Siliziumquelle ebenfalls ein Trägergas oder ein Reduktionsgas 8 enthalten. Das Reaktionsgas 9 wird über eine Gaseinlaßeinrichtung 17 und dann durch eine Gasverteilungseinrichtung 15 zugeführt, die von einer Kammer 19 eingeschlossen ist, die aus Metall, beispielsweise rostfreiem Stahl, oder einem siliziumbeschichteten Material besteht. Die Aufheizung des Gases 9 ist derart begrenzt, daß eine Zersetzung der Siliziumquelle vor dem Einführen in den Reaktor 1 verhindert wird. Über der Heizzone 10 wird sowohl das Trägergas 8 als auch das Reaktionsgas 9 miteinander vermischt, wodurch die Siliziumpartikeln oberhalb der Teileinrichtung 13 durch das Mischgas 35 fluidisiert werden. Deshalb kann das Siliziumbett mit Ausnahme der Heizzone 10 als Reaktionszone 11 zur Siliziumablagerung Verwendung finden.

Der Mikrowellengenerator 23 wandelt elektrische Energie in Mikrowellen 25 um. Mittels eines kommerziell erhältlichen Mikrowellengenerators werden üblicherweise Mikrowellen im Bereich zwischen 915 und 2450 MHz entweder als gepulste Wellen oder als kontinuierliche Wellen erzeugt. Die erzeugten Mikrowellen 25 laufen durch den mit dem Applikator 2 verbundenen Wellenleiter 24 und durchdringen dann die Quarzwand an der Seite der Heizzone 10. Der Wellenleiter 24 ist normalerweise aus Metall oder aus Messing hergestellt, um ein wirkungsvolles Weitergeben der Mikrowellen zu gewährleisten. Da Silizium ein stark Mikrowellen absorbierendes Material ist und die Heizzone 10 unmittelbar vor dem Auslaß des Wellenleiters 24 angeordnet ist, absorbieren die in der Heizzone 10 fluidisierten Siliziumpartikeln die meisten der eindringenden Mikrowellen 25, wobei im wesentlichen keine elektromagnetischen Felder in dem anderen Gebiet des Reaktors 1 und des Applikators 2 außer in der Heizzone 10 gebildet werden. Die Siliziumpartikeln, die in der Heizzone 10 mittels Mikrowellen 25 bestrahlt werden, werden durch sich selbst aufgrund der schnellen Ausbreitung der absorbierten Mikrowellenenergie als Wärme innerhalb der Siliziumpartikeln erwärmt.

Das schnelle Vermischen der Siliziumpartikeln erfolgt automatisch und schonend im fluidisierten Zustand mittels Gasblasen, wodurch es möglich ist, die großen Wärmemengen, die in der Heizzone 10 erzeugt werden, zu dem oberen Bereich der Reaktionszone 11 zu übertragen. Die gasförmige Vermischung der Gasströme 8 und 9 in diesem Bereich sorgt ebenfalls für die wichtige Funktion der schnellen Wärmeübertragung von der Heizzone zu der Reaktionszone. Somit sollte die Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases 8 nicht nur ausreichend sein, um die Fluidisierung der Siliziumpartikeln in der Heizzone zu gewährleisten, sondern auch um eine schnelle Vermischung zwischen der Heizzone 10 und der Reaktionszone 11 sicher zu stellen. Mittels eines Vorheizers kann das Trägergas 8 auf die Reaktionstemperatur vorgeheizt werden und mittels eines Abscheiders vor dem Einführen in den Reaktor 1 gereinigt werden. Mit Blick auf den Energiewirkungsgrad und die mögliche Kontaminierung des Gases bei hohen Temperaturen innerhalb des Vorheizers, ist das Vorheizen des Trägergases 8 auf die erforderliche Reaktionstemperatur nicht erstrebenswert. Die Strömungsgeschwindigkeit des Reaktionsga-

ses 9 sollte ausreichend sein, um die Fluidisierung der Siliziumpartikeln in der Reaktionszone 11 bei der Reaktionstemperatur zu gewährleisten, was leicht durch Versuche bestimmt werden kann. Die Siliziumquelle in der fluiden Phase wird üblicherweise eingedampft und dann vor dem Einführen in den Reaktor 1 vorgeheizt. Andererseits kann das Reaktionsgas 9 auch in Form einer Gas/Flüssig-Mischung vorliegen, wobei Fraktionen der Siliziumquelle als versprühte Flüssigkeitstropfen in der eingedampften Siliziumquelle und/oder in einem Reduktionsgas, wie im Wasserstoff, mitgerissen werden. Das Vorheizen des Reaktionsgases 9 ist bis unterhalb einer Anfangsablagerungstemperatur der Siliziumquelle beschränkt, um eine Ablagerung der Siliziumquelle auf den Innenwänden des Gaseinlasses 9 und der Gaskammer 19 ebenso wie auf der Gasverteilungseinrichtung 15 zu verhindern. Die Gasverteilungseinrichtung 15 für das Reaktionsgas 9, die in Kontakt mit den fluidisierten Siliziumpartikeln ist, kann leicht über die Anfangsablagerungstemperatur erhitzt werden, wenn das Reaktionsgas 9 überhitzt ist, und kann dann aufgrund der Siliziumablagerung leicht verstopfen. Deshalb sollte die Temperatur des Reaktionsgases 9 während des CVD-Prozesses kontrolliert werden, daß sie nicht unnötig hoch ist, wobei die Gasverteilungseinrichtung 15 unterhalb der Anfangsablagerungstemperatur gehalten werden sollte. Entsprechend des begrenzten Temperaturbereiches der eingeführten Gasströme und der Gasverteilungseinrichtung sind die Durchschnittsgeschwindigkeiten der aufströmenden Gasströme und der Fluidisierungsgrad am Boden des Fließbettes geringer als die in der Hauptreaktionszone. Somit neigen die Siliziumpartikeln, die beträchtlich größer als die Ausgangspartikeln 5 angewachsen sind, zum Zurückfallen auf den Boden des Bettes. Durch einen Auslaß 20 können diese dann als Produkt 21 in Form eines Polysiliziumgranulates 33 abgezogen werden. Der Fließbettreaktor kann zur chargenweisen Produktion oder zur kontinuierlichen Produktion betrieben werden. Falls die kontinuierliche Herstellung von Polysiliziumgranulaten gewünscht wird, sollte die Zuführrate der Ausgangspartikeln 5 und die Abziehrate des Produktes 33 einer Gleichung für das Materialgleichgewicht folgen, die auf den Betriebsparametern des Fließbettsystems basiert.

Neben der schnellen Partikelvermischung zwischen der Heizzone 10 und der Reaktionszone 11, verhindert der aufströmende Gasstrom 8 ein Zurückströmen der Siliziumquelle von der Reaktionszone nach unten in die Heizzone, während ein seitliches Eindringen der Siliziumquelle in die Heizzone 10 weiterhin durch die Teilungseinrichtung 13 unmöglich gemacht wird. Wenn der Gasstrom 8 sich von der Verteilungseinrichtung 14 nach oben ausbreitet, wird das Gas aufgrund des Temperaturanstieges, der durch die direkte Vermischung mit den durch Mikrowellen erhitzten Siliziumpartikeln bewirkt wird, expandieren und weiter beschleunigen. Somit kann das Zurückströmen der Siliziumquelle in die Heizzone 10 leicht durch einen Fachmann auf diesem Gebiet verhindert werden. Dies schließt die Ablagerung des Siliziums innerhalb der Heizzone 10 und insbesondere im Bereich der Reaktorwände, durch den Mikrowellen eingeführt werden, aus. Ein Fließbettreaktor gemäß des Standes der Technik weist diese Eigenschaften nicht auf, da die Mikrowellen direkt in die Reaktionszone eingeführt werden. Somit ist die Siliziumablagerung an den Innenwänden des Reaktors ein unausweichliches Problem in der Reaktionszone. Die Mikrowellen würden durch eine abgelagerte Siliziumschicht an den Wänden des vorbekannten Reaktors zugeführt und somit ist es unbedingt erforderlich, daß die Außenwände des Quarzreaktors durch Aufspritzen einer Kühlflüssigkeit an die Außenseite der Wand gekühlt werden, um den Grad der Wandablagerung zu verringern.

Nach Verlassen der Heizzone 10 vermischt sich das Trägergas 8 mit der Siliziumquelle des Reaktionsgases 9, wobei die Mischung 35 die Hauptquelle der CVD-Reaktion in der Reaktionszone darstellt. Obwohl die Siliziumablagerung auch durch das Reaktionsgas alleine in dem unteren Bereich der Reaktionszone 11 durchgeführt wird, überwiegt die CVD-Reaktion mehr im oberen Bereich, in dem die Temperaturen der Gasmischung und der Siliziumpartikeln wesentlich höher sind als die im unteren Bereich. Das hängt hauptsächlich mit der direkten Vermischung des oberen Bereiches mit der Heizzone 10 und ebenfalls mit den ausreichend erhitzten Gasmischungen 35 zusammen. Da das chemische Gleichgewicht der CVD-Reaktion leicht erhalten werden kann, im Falle von Trichlorsilan sogar bei einigen Zentimetern Betthöhe im fluidisierten Zustand bei über 900°C, wird die CVD-Reaktion fast bis zum Gleichgewichtszustand im oberen Bereich der Reaktionszone 11 zu Ende geführt. Abgasmischungen 26, einschließlich der nicht umgesetzten Siliziumquelle, Nebenproduktgase und Trägergas verläßt das Fließbett durch die expandierte Zone und dann durch die Abgasdüse 29. Die Abgasmischung 28 wird jenseits der Düse 29 zur Wiedergewinnung und Rückführung weiterbehandelt, was jedoch nicht Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist. Die minimale Betthöhe der Reaktionszone für einen gewünschten Ertrag an Siliziumablagerungen bei einer Reaktionstemperatur kann leicht durch Analyse der chemischen Zusammensetzung des Abgases 28 bestimmt werden.

Die in der Heizzone 10 durch Bestrahlung mit Mikrowellen 25 erzeugte Wärme deckt die erforderliche Wärme für die CVD-Reaktionen, freie Wärme für die aufströmenden Gase 8 und 9 und Wärmeverluste außerhalb des Reaktors 1 durch die Wände des Applikators 2 und die Expandierzone 3 ab. Obwohl die ersten beiden Wärmeenergien von Natur aus für die CVD-Prozesse notwendig sind, sollten die Wärmeverluste aus Gründen der Energieeinsparung minimiert werden. Bei der vorliegenden Ausführungsform können Wärmeverluste durch die Wände des Reaktors 1 durch Anbringen von Isoliermaterial 27 an der Außenseite der Reaktorwände gemäß Fig. 2 im großen Umfang verringert werden. Verschiedene anorganische Materialien mit niedriger thermischer Leitfähigkeit sind für die Isolierung erhältlich. An der Heizzone 10, an der die Mikrowellen 25 eindringen, kommt vorzugsweise lichtundurchlässiges Quarz oder hochreines, fasriges Silikamaterial zum Einsatz, um die Ausbreitung der Mikrowellen als Wärme innerhalb des Isolationsmaterials zu verhindern. Wärmeverluste, die vom Fließbett nach unten gerichtet sind, können durch aufströmende Gasströme 8 und 9 am Boden des Bettes leicht aufgefangen werden und zumindest als Teil der Wärme verwendet werden, die zum Vorheizen der Gasströme erforderlich ist. Die Höhe der Mikrowellenenergie wird entsprechend der Temperatur in der Reaktionszone 11 geregelt, die mittels einer Meßeinrichtung 31 gemessen wird, die mit einer Düse 32 verbunden ist.

Fig. 3 zeigt eine andere Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, bei der die Heizzone in einem Ringbereich im unteren Abschnitt des Reaktorbettes ausgebildet ist. Bei dieser Ausführungsform werden

die Bezugszeichen, die in Fig. 1 eingeführt wurden, für identische Teile wie in der vorgenannten Ausführungsform verwendet.

Der untere Bereich des Siliziumbettes im Reaktor 1 ist mittels einer Teilungseinrichtung 13 aus hochreinem Material, beispielsweise aus Silizium, Quarz oder siliziumähnlichen Material, in zwei Zonen unterteilt. Ein Reaktionsgas 9, das in das Reaktorbett von einer separaten Gasverteilungseinrichtung 15 eingeleitet wird, strömt durch die Teilungseinrichtung 13 nach oben. Wie in Fig. 4 gezeigt ist, ist eine ringförmige Heizzone 10 um die Teilungseinrichtung ausgebildet. Ein Trägergasstrom 8 wird durch die Teilungseinrichtung 14 eingeleitet und strömt entlang der ringförmigen Zone, während die seitliche Einleitung des Reaktionsgases 9, einschließlich der Siliziumquelle, durch die Teilungseinrichtung verhindert wird. Die Reaktionszone 11 für die CVD-Reaktion wird somit in dem Siliziumbett mit Ausnahme der Heizzone gebildet. Die Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases 8 und des Reaktionsgases 9 sollten ausreichend sein, um die Siliziumpartikeln bei der Reaktionstemperatur entsprechend wie bei der vorgenannten Ausführungsform zu fluidisieren.

Die für den CVD-Betrieb erforderliche Wärme wird durch Mikrowellenbeheizung der Heizzone erbracht, wobei die Reaktionszone indirekt durch die Heizzone beheizt wird. Die Siliziumpartikeln in der Heizzone 10 werden durch Bestrahlung mit Mikrowellen, die durch die Wellenleiter 24a und 24b und dann durch die Reaktorwände vor den Wellenleitern zugeführt werden, erhitzt. Bei der vorliegenden Ausführungsform werden zwei separate Mikrowellengeneratoren 23a und 23b eingesetzt, um elektrische Energie in Mikrowellen 25a und 25b umzuwandeln. Anstatt zwei Generatoren zu verwenden, kann die erforderliche Mikrowelle auch durch einen einzigen Generator hoher Kapazität erzeugt werden und dann durch eine Energieteilungseinrichtung bereit gestellt werden, die die erzeugte Mikrowelle gleichmäßig in der Heizzone verteilt.

Die Siliziumpartikeln und das Trägergas, von denen beide in der Heizzone 10 erhitzt werden, vermischen sich schnell und schonend im fluidisierten Zustand miteinander in der Reaktionszone 11, im wesentlichen oberhalb des oberen Endes des ringförmigen Bereiches der Heizzone. Die Feststoffvermischung ist ein natürliches Ergebnis der Vermischung der fluidisierenden Gasströme 8 und 9. Diese Vermischung beherrscht die indirekte Beheizung der Reaktionszone durch direkte Beheizung der Heizzone mittels Mikrowellen, obwohl der Wärmeübertragungsmechanismus durch Festbestrahlung ebenfalls in dem Hochtemperatur-Reaktorsystem wünschenswert ist. Somit ist die Temperatur der Reaktorwände, die sich in Kontakt mit der Reaktionszone 11 befinden, geringer als die der Siliziumpartikeln in der Heizzone 10. Obwohl sich die Gasströme 8 und 9 miteinander oberhalb der ringförmigen Heizzone vermischen, ist weiterhin die Konzentration der Siliziumquelle im vermischten Gasstrom 35 in der Nähe der Innenwände des Reaktors 1 am niedrigsten, da in beträchtlichem Umfang immer noch Trägergas 8 entlang der Innenwände trotz der Vermischung mit dem Reaktionsgas hauptsächlich im axialen Bereich der Reaktionszone nach oben strömt. Aus diesem Grund ist die Siliziumablagerung an den Reaktorwänden, die sich im Kontakt mit der Reaktionszone befinden, nicht signifikant. Andererseits ist die Siliziumablagerung auf den Oberflächen der Siliziumpartikeln in der Reaktionszone aufgrund des vermischten Gasstromes 35, der die Siliziumquelle enthält, dominierend, dessen Konzentration im axialen Bereich am höchsten ist und die sich in der Höhe gemäß der CVD-Reaktion verändert. Die gewachsenen Partikeln, d. h. das Produkt aus Polysiliziumgranulaten 33, werden durch eine Produktabzieheinrichtung 20 abgezogen, während eine Gasstrommischung 26 das Reaktorbett durch eine Abluftdüse 29 verläßt.

Die Strömungsgeschwindigkeiten der Gasströme, insbesondere die des Trägergases, sollten für eine wirkungsvolle Wärmeübertragung von der Heizzone 10 zu der Reaktionszone 11 gesteuert werden. Wie bei der vorgenannten Ausführungsform, sollte eine minimale Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases 8 festgelegt werden, um ein Zurückfließen der Siliziumquelle von der Reaktionszone 11 in die Heizzone 10 zu verhindern. Die minimale Strömungsgeschwindigkeit kann leicht durch Analyse von Gasproben aus der ringförmigen Heizzone bestimmt werden. Somit kann jegliche Siliziumablagerung innerhalb der Reaktorwände, durch die die Mikrowellen 25a und 25b eindringen, verhindert werden. Es ist erwähnenswert, daß in einem ausreichend tiefen Bett von kleinen Siliziumpartikeln übermäßige Gasströmungsgeschwindigkeiten zu einem Trägheitszustand der Siliziumpartikeln führen können, bei dem sich Gasblasen miteinander vereinigen und beim Aufsteigen wachsen und schließlich groß genug werden, um sich über den Querschnitt der Reaktorsäule zu erstrecken. Die Trägheit des Bettes verhindert im großen Umfang den Wirkungsgrad der Vermischung und der chemischen Reaktion, der leicht durch Messung der Temperatur an beiden Zonen und der chemischen Zusammensetzung des vermischten Gasstromes 26, der aus dem Fließbett austritt, gemessen werden kann. Die Fließgeschwindigkeit des Trägergases 8 wird somit kontrolliert, daß das Zurückfließen der Siliziumquelle unter Verhinderung des Trägheitszustandes überwunden werden kann.

Um Energie durch Verringerung des Wärmeverlustes durch die Reaktorwände einzusparen, kann ein Isoliermaterial zwischen der Applikatorwand 2 und dem Reaktor 1 vorgesehen werden. Als Isolierung 25b um die Heizzone können verschiedenartige Materialarten zum Einsatz kommen, die eine geringe Absorption von Mikrowellen, beispielsweise wie hochreines Silikamaterial, aufweisen. Die Isolierung 27a außerhalb des Reaktors mit Ausnahme der Heizzone kann aus herkömmlichen Isolationsmaterialien neben Silikamaterial ausgewählt werden. Verschiedene Materialarten sind hier anwendbar einschließlich Filz, Wolle, Webstoffe, Verrohrung, Schaum und Ziegelstein.

Die vorliegende Erfindung enthält, wie nachfolgend aufgeführt wird, einige Merkmale, die sich von vorbekannten Verfahren und Systemen abheben, die zur Herstellung von Polysiliziumgranulaten zum Einsatz gekommen sind:

- (1) Im Gegensatz zu vorbekannten CVD-Rektoren, die durch Mikrowellen beheizt werden, ist bei dem vorliegenden Verfahren keine direkte Bestrahlung der Reaktionszone des Fließbettreaktors mit Mikrowellen erforderlich, um den CVD-Betrieb aufrecht zu erhalten. Es wird erreicht, daß die Temperatur der Partikeln im oberen Bereich der Reaktionszone 11 im wesentlichen durch die Hitze, die nach oben von der

Heizzone 10 übertragen wird, stabil gehalten wird. Dieses Verfahren macht von der Eigenschaft Verwendung, daß Wärme parallel zur Richtung einer Fluidströmung fließt, d. h. des Trägergases in der Heizzone, und daß die schnelle Anpassung der Temperatur zwischen den beiden Zonen leicht durch Fest/Fest- und Gas/Fest-Vermischung innerhalb des Fließbettes mit den Gasblasen erhalten wird. Somit kann die Reaktionstemperatur durch Mikrowellenbeheizung ohne Ablagerung von Silizium auf den Innenwänden des Reaktors, durch die die Mikrowellen zugeführt werden, aufrecht erhalten werden. Weiterhin kann die Bildung von HCl , SiCl_2 und polymeren Nebenprodukten in der Reaktionszone, die bei Hochtemperatur-Si-H-Cl-Systemen unerwünschte natürliche Ergebnisse sind, minimiert werden, da es in der Reaktionszone keine Überhitzungszone geben kann.

(2) Im Gegensatz zu vorbekannten Fließbettreaktoren, bei denen Siliziumpartikeln durch die Heizzone rezirkulieren, schließt das vorliegende Verfahren eine massive, nach unten gerichtete Strömung der Siliziumpartikeln durch eine Heizzone aus, die eine Siliziumquelle von der Reaktionszone begleitet. Die Einleitung einer ausreichenden Strömung von nach oben strömendem Trägergas 8 in die Heizzone ist im vorliegenden Prozeß gestattet, um ein Zurückfließen des Reaktionsgases 9 zu verhindern. Andererseits ist bei den vorbekannten Reaktoren die Strömungsgeschwindigkeit begrenzt, um einen einsetzenden fluidisierten Zustand mit Siliziumpartikeln aufrechtzuhalten, die die Siliziumquelle von der Reaktionszone begleiten und nach unten durch die Heizzone durchtreten. Aus diesem Grund kann dieses Verfahren die Siliziumablagerung an den Außenwänden der Heizzone sicherer verhindern als die vorbekannten Reaktoren, wobei die Mikrowellenbeheizung durch die Wände ermöglicht wird. Aufgrund der aktiven Fluidisierung und der Vermeidung von Siliziumablagerung in der Heizzone 10 treten bei den Siliziumpartikeln, die der Mikrowellenbestrahlung ausgesetzt sind, im wesentlichen keine Agglomerationsprobleme auf. Sogar in der Reaktionszone 11 tritt bei den Siliziumpartikeln keine Agglomeration auf, da es keine lokal überhitzten Bereiche gibt und sowohl das Trägergas als auch das Reaktionsgas diese kräftig verwirbeln.

(3) Das vorliegende Verfahren beseitigt ein Grunderfordernis von vorbekannten rezirkulierenden Fließbettreaktoren; daß eine hohe Wärmeströmung dem Fließbett in einem Bereich nahe bei dem gekühlten Verteiler zugeführt werden muß, an dem ein hoher Betrag an Wärmeverlust unausweichlich vorliegt. Dieser wichtige Vorteil wird aufgrund des Temperaturprofils, das in der Reaktionszone vorliegt, erhalten. Während der obere Bereich der Reaktionszone durch den nach oben gerichteten Wärmeaustausch von der Heizzone eine erforderliche Reaktionstemperatur aufrecht erhält, gibt es keinen direkten Wärmeaustausch von der Heizzone zu dem unteren Bereich nahe der Verteilungseinrichtung für das Reaktionsgas. Weiterhin verhalten sich die aufströmenden Reaktionsgase wie eine Kühlflüssigkeit zur Kühlung der Gasverteilungseinrichtung und in der Nähe vorliegenden Partikeln. Da das Einlaßtemperatur wesentlich niedriger sein sollte als die Reaktionstemperatur, kann die Temperatur im Bodenbereich der Reaktionszone niedrig genug gehalten werden, um die Bildung von Krusten aufgrund akkumulierter Siliziumablagerung an der Verteilungseinrichtung zu verhindern. Somit ist keine zusätzlich Kühlung des Verteilers erforderlich und die Wärmeströmung von dem unteren Bereich der Reaktionszone kann eingesetzt werden, um die aufströmenden Reaktionsgase oberhalb des Verteilers vorzuheizen. Aufgrund der hohen Reaktionsgeschwindigkeit der Ablagerung in einem Fließbettreaktor können sich andererseits die Reaktionsgase im oberen Bereich der Reaktionszone einem Gleichgewichtszustand annähern, bevor sie das Fließbett verlassen. Daher bewirkt das vorliegende Verfahren eine Verbesserung des Ablagerungswirkungsgrades und sorgt für eine verbesserte Umwandlung der Siliziumquelle in festes Silizium.

(4) Bei der vorliegenden Erfindung ist zur Verhinderung von Wandablagerung des Silizium keine Kühlung der Reaktorwände durch Einspritzen von Kühlflüssigkeiten an der Außenseite der Wände, durch die die Mikrowellen zugeführt werden, erforderlich. Das Einführen einer zusätzlichen Kühlflüssigkeit in die Gasverteilungseinrichtung, die sich in Kontakt mit der Heizzone befindet, ist ebenfalls unnötig, da die nach unten gerichtete Rückströmung der Siliziumquelle beim vorliegenden Verfahren verhindert wird. Folglich sind bei dem vorliegenden Verfahren Wärmeverluste durch die Reaktorwände und die Gasverteilungseinrichtung im großen Umfang verringert.

(5) Im Gegensatz zu vorbekannten Fließbettreaktoren sind beim vorliegenden Prozeß eine am Umfang der Reaktorwände angebrachte Isolierung und eine Zuführung der Mikrowelle durch das Isolierungsmaterial möglich. Da an den Reaktorwänden, die die Heizzone umgeben, im wesentlichen keine Wandablagerung auftritt, kann der durch Strahlung und Konvektion herrührende Wärmeverlust aus der Zone leicht durch Vorsehen eines für Mikrowellen durchlässigen Isolationsmaterials um die Reaktorwände verhindert werden. Somit kann die Wärme, die mittels Mikrowellen in der Heizzone erzeugt wird, wirkungsvoll für die CVD-Reaktion in der Reaktionszone eingesetzt werden. Hierdurch werden Energieverluste von dem Hochtemperatursystem weitestgehend reduziert, wodurch die erforderliche Mikrowellenenergie minimiert wird. Somit steigert die vorliegende Erfindung den Wirkungsgrad und die Sicherheit der Mikrowellenbeheizung und verhindert Betriebsprobleme, beispielsweise die Bildung von Hochspannungslichtbögen und Schwierigkeiten in der Impedanzanpassung, die mit hoher Mikrowellenenergie verbunden sind. Der Einsatz einer Isolierung isoliert die mechanischen Teile des Applikators 2 und des Wellenleiters 24 thermisch von dem Hochtemperaturreaktorbett. Dies führt zu weniger Beschränkungen in der Gestaltung, Materialauswahl und in der Herstellung der Vorrichtung ebenso wie zu einer erhöhten Stabilität im Prozeßbetrieb.

Prozesse zur Herstellung von hochreinem Polysiliziumgranulaten gemäß der Erfindung werden nachfolgend erläutert.

Beispiel 1

Es wurden zwei CVD-Versuchsreihen unter Verwendung von Trichlorsilan (TCS) als Siliziumquelle durchgeführt, um die Wirksamkeit dieser Erfindung im Vergleich mit herkömmlichen Mikrowellenheizverfahren zu testen.

Bei der ersten CVD-Versuchsreihe zum Testen der vorliegenden Erfindung wurde ein rohrförmiger Quarzreaktor mit 104 mm Innendurchmesser, 3 mm Stärke und 1060 mm Höhe innerhalb des Applikators 2 gemäß Fig. 1 angeordnet. Eine rechtwinklige, aus Quarz hergestellte Teilungsplatte mit 80 mm Breite, 200 mm Höhe und 5 mm Tiefe wurde am Boden des Reaktors 1 vorgesehen, um das Reaktorbett in eine Heizzone 10 und eine Reaktionszone 11 zu unterteilen. Zur Bildung eines Bettes aus Siliziumpartikeln wurden etwa 3,5 kg Siliziumpartikeln, mit einem Korngrößenbereich zwischen 177 und 590 µm und einer mittleren Korngröße von 335 µm, in den Reaktor eingebracht. Das Bett lag auf den Gasverteilungsplatten 14 und 15, die eine Vielzahl von Löchern aufwiesen, auf, und hatte eine Höhe zwischen 300 und 360 mm. Mikrowellen mit einer Frequenz von 2450 MHz wurden von einem rechtwinkligen mit dem Applikator verbundenen Wellenleiter 24 in den unteren Bereich der Heizzone eingebracht. Ein Isolationsblock mit 20 mm Stärke, der den Quarzreaktor umgibt und aus einem hochreinem Silikamaterial hergestellt wurde, wurde zwischen der Reaktorwand und der Innenwand des Applikators angeordnet. Für diesen Prozeß lagen folgende Betriebsbedingungen vor:

(1) Trägergas (Wasserstoff)

Eintragsmenge	0.53 mol/min
---------------	--------------

Vorheiztemperatur des Gases	350°C
-----------------------------	-------

(2) Reaktionsgase: Trichlorsilan (TCS) und Wasserstoff

Eintragsmenge des TCS	0.35 mol/min
-----------------------	--------------

Eintragsmenge des Wasserstoffs	0.45 mol/min
--------------------------------	--------------

Vorheiztemperatur des Gases	100°C
-----------------------------	-------

(3) CVD-Reaktionstemperatur	960°C
-----------------------------	-------

(4) Reaktionsdruck	atmosphärisch
--------------------	---------------

Der Prozeß wurde kontinuierlich durch nachfolgende weitere Zufuhr von Ausgangspartikeln 5 in das Reaktorbett und durch Abzug von Produktgranulaten 33 aus dem Bett durchgeführt, wobei das Bettgewicht und der Partikelgrößenbereich konstant gehalten wurden.

Bei einer derartigen Betriebsweise wurden 1104 g Netto-Siliziumablagerung nach 10 Stunden CVD-Betrieb erhalten. Mikrowellenleistung in Höhe von 32 kW und 4,3 kW war erforderlich, um die vorbestimmte CVD-Temperatur vor dem Einführen des TCS bzw. während des CVD-Betriebs unter Zufuhr von TCS aufrecht zu erhalten. An den Gasverteilungsplatten für das Trägergas und das Reaktionsgas wurden sich einstellende Temperaturen von 625°C bzw. 342°C während des CVD-Betriebes festgestellt. Nach dem CVD-Betrieb wurde an den die Heizzone umgebenden Reaktorwänden keine Siliziumablagerung festgestellt und der Quarzreaktor war frei von lokal auftretenden Rissen oder Deformationen. Die Bildung einer Siliziumschicht oder Kruste auf der Gasverteilungsplatte für die Reaktionsgase konnte mit einer Plattentemperatur verhindert werden, die unterhalb der Anfangsablagerungstemperatur von etwa 400°C lag. Nach dem Betrieb trat bei den Produktgranulaten und restlichen Siliziumpartikeln innerhalb des Reaktors keine Agglomeration, kein Sintern oder Zusammenballung von Siliziumpartikeln auf. Ebenfalls wurde keine Siliziumablagerung auf der Gasverteilungsplatte zur Einleitung der Reaktionsgase beobachtet.

Bei der zweiten CVD-Versuchsreihe als Test für das herkömmliche Mikrowellenheizverfahren kam die oben beschriebene Vorrichtung für die erste Versuchsserie mit einigen, nachfolgend aufgeführten Abwandlungen zum Einsatz. Die Teilungsplatte wurde aus dem Reaktorbett entfernt, wodurch das gesamte Siliziumbett ohne eine getrennte Heizzone als Reaktionszone verwendet wurde. Der Isolationsblock wurde ebenfalls entfernt, wobei die Außenwände des Quarzreaktors mit Stickstoffgas gekühlt wurden, um die Siliziumablagerung an den Innenwänden zu minimieren. Am Bodenende des Applikators 2 wurde eine Gaseinlaßdüse und ein Viellochverteiler zum Einführen des Kühlgases angeordnet. Das Kühlgas wurde durch Löcher, die in der Tragplatte 4 gemäß Fig. 1 eingebracht wurden, abgeleitet. Zwei Gaseinlaßdüsen 16 und 17 und separate Gaskammern 18 und 19 wurden abgeändert, um das vorgeheizte Reaktionsgas 9 gleichmäßig durch die Gasverteilungsplatten 14 und 15 einzuleiten. Für diesen herkömmlichen Prozeß war die Versorgung mit Mikrowellen und die Betriebsbedingungen gleich wie bei der ersten Testreihe mit der Ausnahme, daß die Eintragsmengen des Trägergases und des Reaktionsgases miteinander vermischt wurden und auf 150°C vorgeheizt wurden. Weiterhin betrug die Zufuhrmenge des Stickstoffgases für die Wandkühlung und die Zufuhrmenge des Kühlwassers zur Kühlung des

Verteilers 8.5 mol/min bzw. 9.0 l/min.

Der Betrieb auf diese herkömmliche Weise erforderte mehr Mikrowellenenergie zum Aufrechterhalten derselben Betttemperatur als beim ersten Versuch gemäß der vorliegenden Erfindung erforderlich war. Dies ist ein natürliches Ergebnis, das auf der Kühlung um das Reaktorbett statt Verwendung einer Isolierung basiert.

5 Eine Mikrowellenleistung in Höhe von 6.1 KW und 7.6 KW war erforderlich, um die CVD-Temperatur vor bzw. nach dem Einführen von TCS in das Zuführgas aufrecht zu erhalten. Jedoch war nach dem Einführen des TCS in das Reaktionsgas ein schrittweises Erhöhen der Leistung von 7.6 auf 9.0 KW erforderlich, um die Temperatur aufrecht zu erhalten. Weiterhin nahm der Druckverlust der Gasverteilungsplatte mit der Zeit zu. Hierdurch war ein kontinuierlicher CVD-Betrieb von maximal 4 Stunden möglich. Die Erhöhung der Mikrowellenleistung hing hauptsächlich damit zusammen, daß sich an den Innenwänden des Quarzreaktors, durch die Mikrowellen eingeführt wurden, Silizium abgelagerte. Trotz der Gaskühlung der Außenwände des Quarzreaktors trat an den Innenwänden, die sich in Kontakt mit Mikrowellen bestrahlten Partikeln befanden, Siliziumablagerung aufgrund von lokal hohen Wandtemperaturen auf. Wenn die Stärke der auf der Wand abgelagerten Siliziumschicht anwächst, absorbiert die Schicht weiterhin einen Teil der zugeführten Mikrowelle, was zu einem Anwachsen der

10 Mikrowellenleistung führt, um die vorbestimmte Reaktionstemperatur aufrecht zu erhalten. Als die Vorrichtung nach Beendigung des CVD-Betriebes demontiert wurde, wurden an den Reaktorwänden im Bereich des Auslasses des Wellenleiters 24 steifenförmige Flecken geschmolzener Siliziumschicht, die mit einigen agglomerierten Siliziumpartikeln verbunden war, beobachtet. Unter 3920 g des Gesamtproduktes, einschließlich 420 g Netto-Siliziumablagerung, wurden mehr als 120 g Siliziumpartikeln festgestellt, die miteinander innerhalb des Reaktorbettes agglomerierten, was wohl mit lokalen Überhitzungen in der Nähe der Flecken zusammenhängt. Weiterhin bedeckte eine Kruste aus Siliziumpartikeln, die miteinander durch Siliziumablagerung verbunden waren, die Hälfte der Gasverteilungsplatte, die in Kontakt mit der Reaktionszone stand. Somit ließ das Anwachsen des Druckverlustes an der Gasverteilungsplatte erkennen, daß dies direkt mit der Bildung einer Kruste an der Gasverteilungsplatte zusammenhängt. Obwohl die Temperatur unterhalb der wassergekühlten Gasverteilungsplatte mit weniger als 400°C, was der Anfangsablagerungstemperatur von TCS entspricht, gemessen wurde, sollten deren in Kontakt mit den heißen Siliziumpartikeln tretenden Oberflächen lokal über diese Temperatur erhitzt werden. Dies führt natürlich zur Anhäufung von Siliziumablagerung, zur Verstopfung der Löcher in der Verteilungsplatte, zur Abnahme des Fluidisierungsgrades in der Nähe der verstopften Löcher, zur Agglomeration von heißen Siliziumpartikeln, die durch Mikrowellen erhitzt wurden, auf der abgelagerten Schicht und schließlich zu einem beschleunigten Wachstum der Kruste. Obwohl die Krustenbildung mit einer reduzierten Vorheiztemperatur des Reaktionsgases und durch eine verstärkte Kühlung der Gasverteilungsplatte mittels in dieser zirkulierenden zusätzlichem Kühlwasser reduziert werden konnte, konnte das Problem nicht völlig ausgeräumt werden, solange mit Mikrowellen erhitze Siliziumpartikeln mit der Verteilungsplatte in Kontakt gerieten, durch die das TCS fließt. Bei nachfolgenden CVD-Prozessen unter anderen Betriebsbedingungen gab es

25 aufgrund des herkömmlichen Mikrowellenheizverfahrens keine signifikanten Änderungen hinsichtlich der Probleme der Wandablagerung und Krustenbildung, des schlechten Wirkungsgrades und der Instabilität während des CVD-Betriebes.

Beispiel 2

Als weiteres Beispiel für die vorliegende Erfindung wurde ein rohrförmiger Quarzreaktor 1 mit 204 mm Innendurchmesser, 4,5 mm Stärke und 1700 mm Höhe innerhalb des Applikators 2 gemäß Fig. 3 angeordnet. Eine rohrförmige Teilungssäule 13, die aus einem Quarzrohr mit 80 mm Innendurchmesser, 350 mm Höhe und 5 mm Tiefe bestand, wurde auf dem Boden des Reaktors angeordnet, um das Reaktorbett in eine Heizzone 10 und eine Reaktionszone 11 zu unterteilen. Zum Zuführen des Reaktionsgases 9 in die Reaktionszone 11 wurde eine Gasverteilungsdüse 15 mit 20 mm Innendurchmesser vorgesehen, deren Ende innerhalb des unteren Bereiches der Säule 13 angeordnet wurde. Etwa 33 kg Siliziumpartikeln, mit einer Korngröße zwischen 297 bis 1000 µm und einer mittleren Korngröße von 647 µm, wurden in den Reaktor zur Bildung eines Bettes von Siliziumpartikeln eingebracht. Das Bett, das auf Viellochgasverteilungsplatten 14 für das Trägergas auflag, hatte eine

50 Betthöhe zwischen 700 bis 800 mm. Mikrowellen mit einer Frequenz von 915 MHz wurden über die beiden gleichartigen rechteckförmigen Wellenleitern 24a und 24b gemäß Fig. 3, die mit dem Applikator verbunden waren, in die ringförmige Heizzone 10 eingeführt. Den Quarzreaktor umgebende Isolierungsblöcke 27a und 27b mit einer Stärke von 20 mm, die aus hochreinem Silikamaterial hergestellt waren, wurden zwischen dem Reaktor 1 und der Innenwand des Applikators 2 angeordnet.

55 Für dieses Prozeß lagen folgende typische Betriebsbedingungen vor:

(1) Trägergas (Wasserstoff)		
Zuführmenge	4.0 mol/min	5
Vorheiztemperatur des Gases	250°C	
(2) Reaktionsgase: Trichlorsilan (TCS) und Wasserstoff		
Zuführmenge des TCS	3.1 mol/min	10
Zuführmenge des Wasserstoffes	6.0 mol/min	
Vorheiztemperatur des Gases	100°C	
(3) CVD-Reaktionstemperatur	930°C	15
(4) Reaktionsdruck	atmosphärisch	

20

Die Prozesse wurden auf kontinuierliche Weise durchgeführt, indem nachfolgend eine weitere Zufuhr von Ausgangspartikeln 5 in das Reaktorbett erfolgte und Produktgranulate 33 aus dem Bett abgezogen wurden, wobei das Bettgewicht und der Partikelgrößenbereich konstant gehalten wurden.

25

Beim Betrieb in dieser erfindungsgemäßen Weise wurden 30.4 kg Netto-Siliziumablagerung während 30 Stunden CVD-Betrieb erhalten. 17 kW und 28 kW Mikrowellenleistung waren erforderlich, um die vorbestimmte CVD-Temperatur vor Einführung von TCS bzw. während des CVD-Betriebes unter Zufuhr von TCS aufrechtzuerhalten. An den Verteilungsplatten für das Trägergas und für die Reaktionsgase wurden Temperaturen beobachtet, die bei 585°C bzw. 318°C lagen. Nach dem CVD-Betrieb wurden an den die Heizzone umgebenden Reaktorwänden keine Siliziumablagerungen festgestellt und der Quarzreaktor war frei von lokal auftretenden Rissen oder Deformationen. Weiterhin wurde keine Bildung einer Siliziumschicht oder Kruste auf der Gasverteilungsplatte für die Reaktionsgase angetroffen. Bei den Produktgranulaten und den nach dem Betrieb im Reaktor verbleibenden Siliziumpartikeln trat keine Agglomeration, kein Sintern oder Clusterbildung von Siliziumpartikeln auf.

35

Obwohl die vorliegenden Erfindung vollständig anhand von Beispielen mit Bezug auf die beigefügten Zeichnungen beschrieben wurde, sei darauf hingewiesen, daß eine Vielzahl von dem Fachmann naheliegenden Abänderungen möglich sind, ohne den Schutzbereich, der durch die beigefügten Ansprüche umrissen wird, zu verlassen.

40

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von polykristallinem Silicium in einem Fließbettreaktor, bei welchem ein Reaktionsgas, das eine gas- oder dampfförmige Siliciumverbindung enthält, in ein Bett aus durch das Reaktionsgas fluidisierten und mittels Mikrowellenenergie erhitzten Siliciumteilchen eingeführt wird, die gas- oder dampfförmige Siliciumverbindung als Siliciummetall auf den Siliciumteilchen abgelagert wird und die mit dem abgelagerten Silicium versehenen Teilchen sowie nicht reagierendes Fluidisierungs- und gasförmige Nebenreaktionsprodukte aus dem Reaktor entfernt werden, dadurch gekennzeichnet, daß das Fließbett in eine Reaktionszone, in der die gasförmige oder dampfförmige Siliciumverbindung als Siliciummetall bei einer Reaktionstemperatur auf den Siliciumteilchen abgelagert wird, und in eine Heizzone unterteilt wird, in der eine Fraktion der Siliciumteilchen mit Hilfe eines siliciumfreien Trägergases fluidisiert und mittels Mikrowellenenergie über die Reaktionstemperatur erhitzt wird, und daß die aufgeheizten Siliciumteilchen in einem oberen Bereich der Heizzone mit den Siliciumteilchen der Reaktionszone unter Übertragung der Wärme aus der Heizzone in die Reaktionszone vermischt werden.
2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, mit einem Fließbettreaktor (1), der aufweist
 - a) einen Einlaß (30) für Siliciumteilchen (5),
 - b) eine Einlaßeinrichtung (17) zum Zuführen eines Reaktionsgases (9), das eine gas- oder dampfförmige Siliciumverbindung enthält,
 - c) eine Gasverteilungseinrichtung (15) für das Reaktionsgas (9),
 - d) eine Mikrowellenheizung (23, 24), mit der in dem Reaktor (1) fluidisierte Siliciumteilchen auf eine Reaktionstemperatur aufheizbar sind, und
 - e) einen Auslaß (20) für ein Produkt (33) und einen Abgasauslaß (29) zur Abfuhr von nicht reagiertem Gas aus dem Reaktor (1),
 dadurch gekennzeichnet,
 - f) daß der Fließbettreaktor (1) mittels einer Teilungseinrichtung (13) in eine Reaktionszone (11) und in eine Heizzone (10) unterteilt ist,
 - g) daß die Einlaßeinrichtung (17) für das Reaktionsgas (9) zum Einleiten des Reaktionsgases (9) in die

65

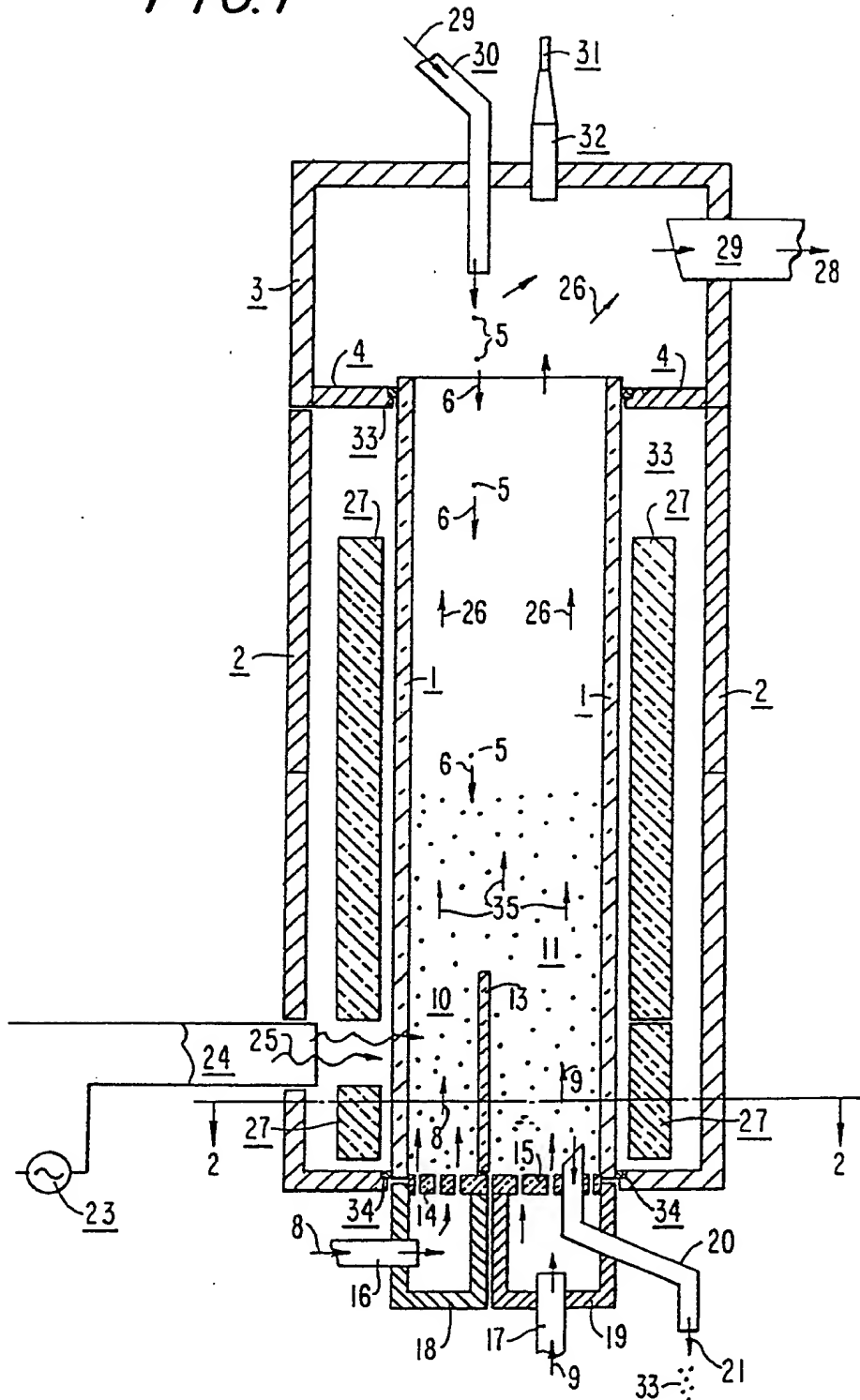
Reaktionszone ausgebildet und eine zweite Einlaßeinrichtung (16) mit einer Gasverteilungseinrichtung (14) zum Einleiten eines siliciumfreien Trägergases (8) in die Heizzone (10) vorgesehen ist, und h) daß die Mikrowellenheizeinrichtung (23, 24) der Heizzone (10) zugeordnet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Teilungseinrichtung (13) als Trennwand ausgebildet ist, die den Innenquerschnitt des Reaktors (1) unterteilt.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Teilungseinrichtung (13) als im Reaktor (1) angeordnetes Rohr ausgebildet ist, das das Reaktionsgas (9) in die Reaktionszone (11) führt.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

FIG. 1



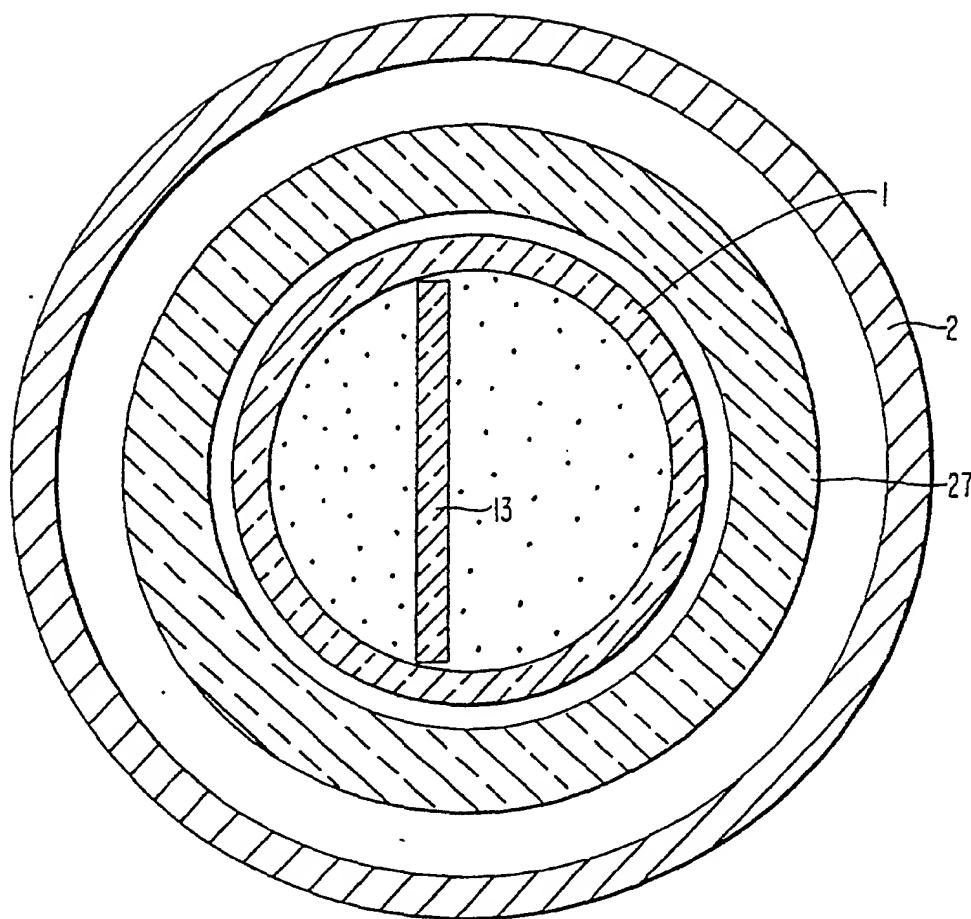


FIG. 2

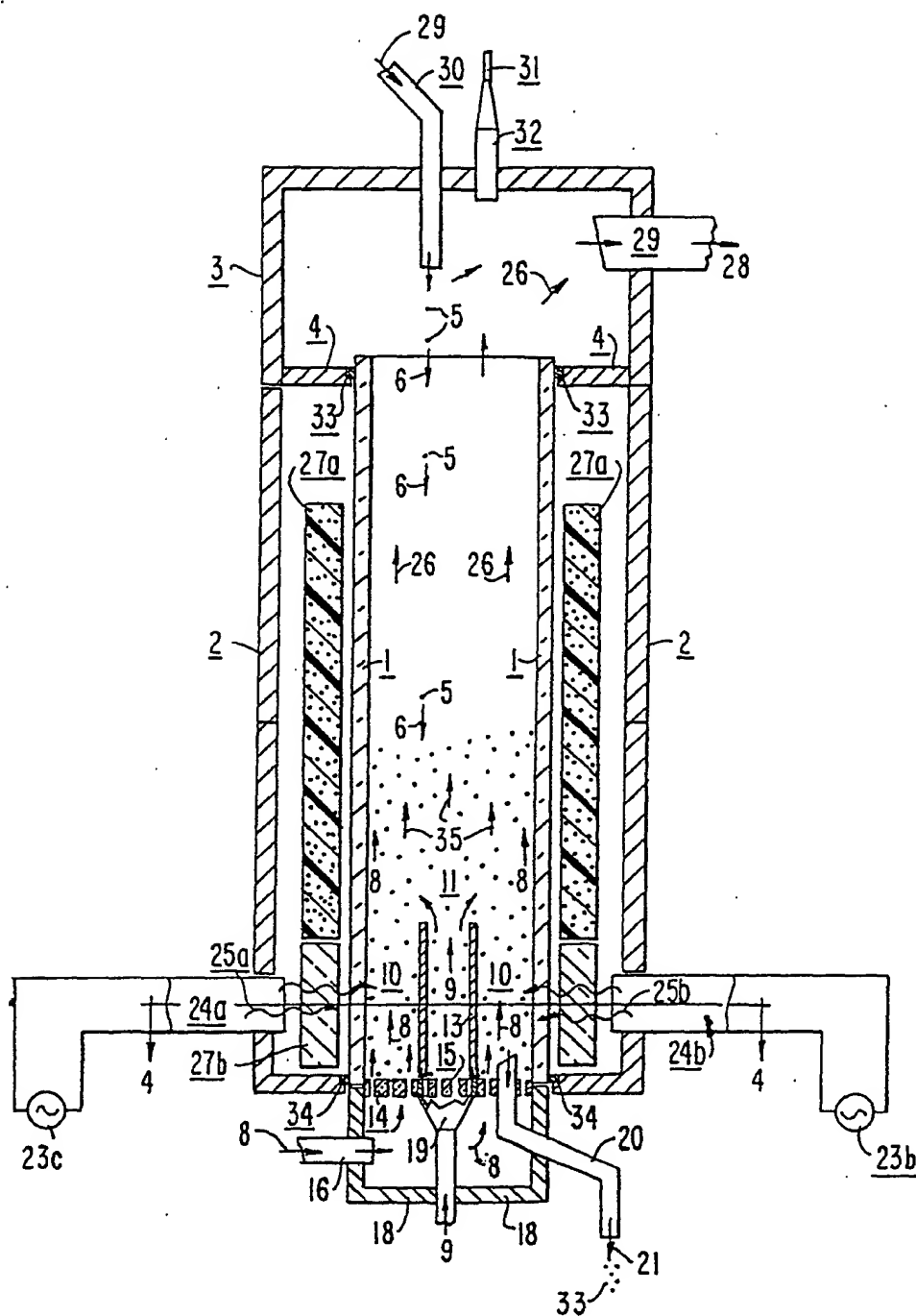


FIG. 3

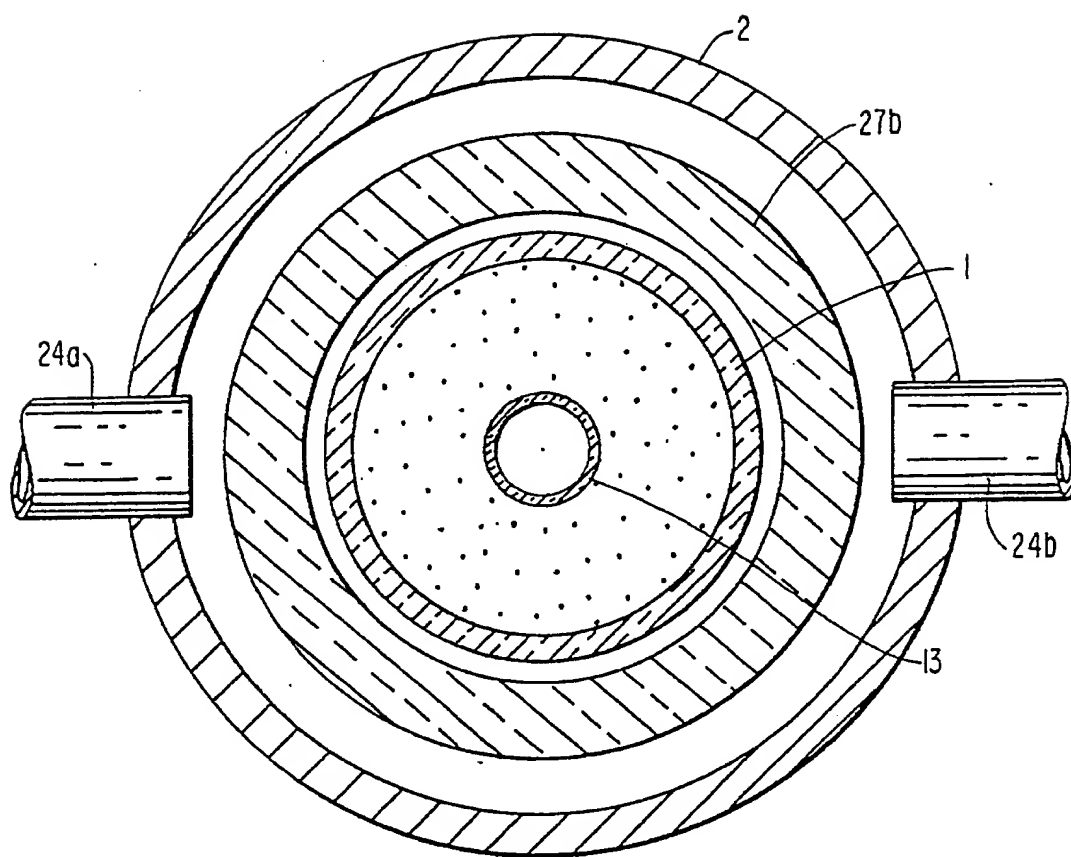


FIG. 4